

LC-MS/MS 测定植物源性食品中消螨多残留量

LCMSMS-780

摘要： 本文使用岛津三重四极杆液质联用仪建立了植物源性食品中消螨多测定的方法。实验结果表明，在 1.0-100 ng/mL 浓度范围内，方法线性良好，线性相关系数 R 为 0.9986，曲线各浓度点准确度在 91.4%-106.1% 之间。5.0 ng/mL 浓度对照品溶液，连续进样 6 次，保留时间和峰面积的相对标准偏差 (RSD%) 分别为 0.06% 和 2.91%。1.0、20 和 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 三个不同浓度加标回收率在 83.8%-87.4% 之间，平行三份样品的相对标准偏差 (RSD%) 在 2.41%-3.52% 之间。该方法简单，稳定，准确，供相关人员参考。

关键词： 三重四极杆液质联用仪 植物源性食品 消螨多

技术特点：

- ❖ 满足 SN/T 5449-2022 标准要求，定量限提高 10 倍以上。
- ❖ 使用 Shim-pack Gist C18 色谱柱，7 min 完成一针分析，简单快速。

消螨多 (Meptyldinocap, CAS 编号: 131-72-6) 是一种杀螨剂，同时具有一定的接触性杀菌作用。消螨多是从杀菌 (螨) 剂敌螨普 (Dinocap, CAS 编号: 39300-45-3) 的 6 种异构体中分离出来的、具有最高生物活性的异构体之一。主要用于防治苹果、葡萄、黄瓜、西瓜等水果和蔬菜的红蜘蛛和白粉病，对桑树白粉病和茄子红蜘蛛也有良好的防治效果，同时还具有杀螨卵的作用。

鉴于消螨多在植物保护方面的诸多作用，其被广泛用于农业生产，导致该药物在农作物中残留，给人民群众身体健康带来安全隐患。欧盟 (EU) No 1330/2014 法规规定，批准消螨多用于植保产品，但消螨多使用时应注意对操作者的风险，对水生无脊椎动物

的风险，使用时应结合抗风险措施。目前欧盟已制定了多种农产品中消螨多的最大残留量。2022 年 3 月，韩国发布食品标准和规范的拟修订案，修订和规定农产品中农药最大残留限量 (67 种农药，包括消螨多)。为保障人民群众身体健康，应对植物源性食品的日常出口工作，建立健全消螨多的检测方案很有必要。

目前消螨多的测定方法主要是液相色谱法和超高效液相色谱 - 质谱联用法。本文参考 SN/T 5449-2022 出入境检验检疫行业标准，采用岛津三重四极杆液质联用仪，建立了植物源性食品中消螨多测定的方法，该方法简单，稳定，灵敏度高，抗假阳性能力强，供相关检测人员参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

系统控制器：CBM-40
输液泵：LC-40D XS
柱温箱：CTO-40S
质谱检测器：LCMS-8045

脱气机：DGU-405
自动进样器：SIL-40C XS
色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.118

1.2 分析条件

液相色谱条件：

色谱柱：Shim-pack Gist C18 (100 mm \times 2.1 mm I.D., 2 μm), P/N:227-30001-04, 岛津 (上海) 实验器材有限公司

流动相：A 相 - 0.1% 甲酸水溶液；B 相 - 乙腈

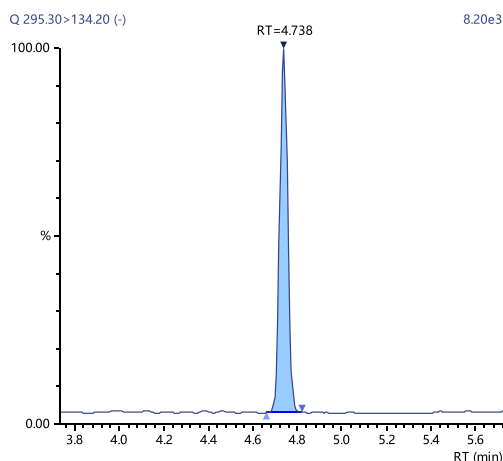


图 1 消螨多标准品溶液 MRM 色谱图 (1.0 ng/mL)

2.2 校准曲线结果

按照 1.3 制备标准系列工作溶液，使用外标法拟合工作曲线，校准曲线见图 2，相关系数 $R = 0.9986$ 。各浓度点线性回归的准确度、信噪比、定量限等结果见表 3。曲线各标点准确度在 91.4%-106.1%，1.0 ng/mL 标准溶液的 S/N 为 127.64。

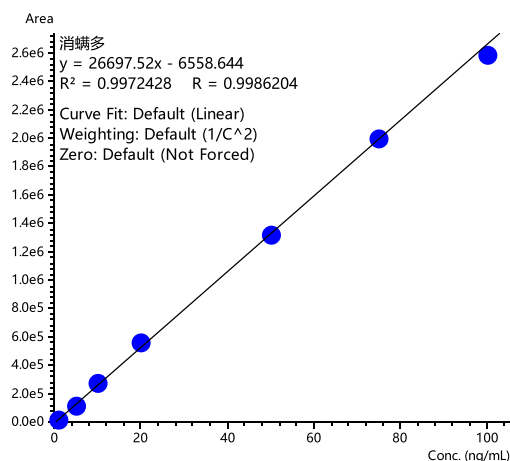


图 2 消螨多校准曲线

表 3 校准曲线结果

Data#	数据文件名	保留时间	面积	浓度 (ng/mL)	标准浓度	精确度%	S/N	定量限
1	级别1.lcd	4.738	20,406	1.01002	1	101.0	127.64	0.08
2	级别2.lcd	4.737	115,388	4.56773	5	91.4	937.97	0.05
3	级别3.lcd	4.736	272,615	10.45692	10	104.6	2,286.53	0.05
4	级别4.lcd	4.739	559,931	21.21883	20	106.1	3,672.31	0.06
5	级别5.lcd	4.746	1,320,074	49.69123	50	99.4	9,200.31	0.05
6	级别6.lcd	4.736	2,005,033	75.34752	75	100.5	15,930.28	0.05
7	级别7.lcd	4.744	2,586,678	97.13397	100	97.1	19,238.83	0.05

2.3 重复性考察

5.0 ng/mL 浓度对照品溶液，连续进样 6 次，考察保留时间和峰面积的重复性，结果如表 4 所示。保留时间和峰面积的相对标准偏差 (RSD%) 分别为 0.06% 和 2.91%，方法精密度良好。

表 4 重复性结果

编号	峰面积	保留时间
1	290040	4.737
2	288970	4.743
3	294825	4.738
4	301725	4.737
5	307649	4.743
6	308938	4.741
平均值	298691	4.740
RSD%	2.91	0.06

2.4 加标回收率及重复性考察

取黄瓜空白基质，按照 1.3 前处理方法，对样品进行低、中、高三个浓度水平加标回收率考察。每个浓度平行制备三份样品，进行重复性考察。低、中、高三个加标浓度分别为 1.0、20 和 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。三水平加标回收率及重复性结果见表 5。

表 5 回收率结果 (%) (n=3)

No.	1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$	20 $\mu\text{g}/\text{kg}$	100 $\mu\text{g}/\text{kg}$
1	84.6	82.3	84.1
2	81.5	84.0	87.8
3	85.3	86.8	90.2
平均值	83.8	84.4	87.4
RSD%	2.41	2.69	3.52

■ 结论

本文参考 SN/T 5449-2022 出入境检验检疫行业标准，使用岛津三重四极杆液质联用仪 LCMS-8045 建立了植物源性食品中消螨多测定的方法。在 1.0-100 ng/mL 浓度范围内，方法线性良好，线性相关系数 R 为 0.9986，1.0 ng/mL 标准溶液的 S/N 为 127.64。对样品进行 1.0、20 和 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 三个浓度加标回收实验，回收率在 83.8%-87.4% 之间。该方法灵敏度高，准确度高，简单快速，适用于植物源性食品中消螨多的检测。

岛津应用云

